

Patent Specification
703-201-1411,
1422-297
08/8/5, 572.

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

326
#8
05/26/98
JCG

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1 9 9 6 年 4 月 9 日

出 願 番 号

Application Number:

平成 8 年特許願第 1 1 3 2 2 3 号

出 願 人

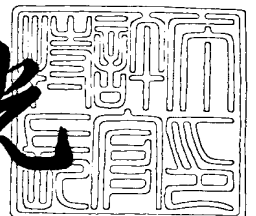
Applicant (s):

花王株式会社

1 9 9 7 年 4 月 1 1 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

荒井 寿光



出証番号 出証特平 0 9 - 3 0 2 4 3 2 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP96-0211

【提出日】 平成 8年 4月 9日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D167/00

【発明の名称】 粉体塗料

【請求項の数】 4

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 丸田 将幸

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 佐藤 幸哉

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 稲垣 泰規

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 青木 克敏

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 河辺 邦康

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

 【代表者】 常盤 文克

【代理人】

 【識別番号】 100095832

 【弁理士】

【氏名又は名称】 細田 芳徳

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9200353

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉体塗料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により均一な色相の塗膜を得る塗装法に使用される粉体塗料であって、混合される2種以上の粉体塗料の帯電量の差がすべて $5.0\mu\text{C/g}$ 以内であることを特徴とする粉体塗料。

【請求項2】 粉体塗料の原料となる樹脂の酸価、アミン価を調整することにより混合される粉体塗料の帯電量の差が $5.0\mu\text{C/g}$ 以内に調整されていることを特徴とする請求項1記載の粉体塗料。

【請求項3】 混合される2種以上の粉体塗料の帯電量の差をすべて $5.0\mu\text{C/g}$ 以内に制御された2種以上の色相の異なる粉体塗料を用いて混色することを特徴とする均一な色相の塗膜を得る塗装方法。

【請求項4】 粉体塗料の原料となる樹脂の酸価、アミン価を調整することにより混合される粉体塗料の帯電量の差が $5.0\mu\text{C/g}$ 以内に調整されていることを特徴とする請求項3記載の塗装方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により均一な色相の塗膜を得る塗装法に使用される粉体塗料に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、粉体塗料は、樹脂、硬化剤、添加剤等に所望の色相を出すための数色の顔料を加え、混合した後、熔融混練し、その後、冷却、粉碎、分級することにより、製造されてきた。そのため、粉体塗料としては要求される色相毎に塗料を用意せざるを得ず、その品揃えは膨大な数にのぼっている。また、その調色工程を簡素化するため、特表平4-504431号公報のごとく、数種の着色粉体を混合した後粉体塗料として使用することが提案されている。

しかしながら、2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により塗膜を得る場合

、各着色粉体に使用される顔料等の特性の差により各粉体の帯電性が不均一となるため、均一な色相の塗膜は得られず、色むらを生じやすい。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明の第1の目的は、2種以上の色相の異なる粉体塗料を混色しても均一な色相の塗膜を形成する粉体塗料を提供することにある。本発明の第2の目的は、2種以上の色相の異なる粉体塗料を混色して均一な色相の塗膜を得る塗装方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、2種以上の色相の異なる粉体塗料を使用して塗膜を得ようとするとき均一な塗膜が得られない原因を鋭意検討した結果、それは各粉体塗料の帯電性が異なるため粉体が相互に凝集することによることを明らかにした。従って、混合する原料粉体の帯電性が重要であり、混合する各粉体塗料の帯電量の差をすべて $5.0 \mu\text{C/g}$ 以内に制御することで均一な塗膜が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】

即ち、本発明の要旨は、

(1) 2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により均一な色相の塗膜を得る塗装法に使用される粉体塗料であって、混合される2種以上の粉体塗料の帯電量の差がすべて $5.0 \mu\text{C/g}$ 以内であることを特徴とする粉体塗料、

(2) 粉体塗料の原料となる樹脂の酸価、アミン価を調整することにより混合される粉体塗料の帯電量の差が $5.0 \mu\text{C/g}$ 以内に調整されていることを特徴とする前記(1)記載の粉体塗料、

(3) 混合される2種以上の粉体塗料の帯電量の差をすべて $5.0 \mu\text{C/g}$ 以内に制御された2種以上の色相の異なる粉体塗料を用いて混色することを特徴とする均一な色相の塗膜を得る塗装方法、

(4) 粉体塗料の原料となる樹脂の酸価、アミン価を調整することにより混合される粉体塗料の帯電量の差が $5.0 \mu\text{C/g}$ 以内に調整されていることを特徴

とする前記（３）記載の塗装方法、に関する。

【０００６】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を具体的に説明する。本発明に使用される原料の粉体は、従来より公知である粉体塗料の製造方法に従い製造可能である。即ち、樹脂、硬化剤、添加剤、及び着色剤を均一に混合する。その後、押出機等で熔融混練し、冷却後、粉碎、分級することにより、原料となる粉体を得る。また、更に、粉体表面にシリカ、アルミナ、チタニア、又はジルコニア等の流動性調整剤を添加してもよい。このようにして得られる粉体はそれ自体で粉体塗料であるが、２種以上の色相の異なる粉体塗料の混色を行う本発明において、この粉体を特に原料粉体と呼ぶ場合がある。

【０００７】

本発明において使用される樹脂は、従来より公知である樹脂が特に限定されることなく使用可能である。例えば、ポリエチレン、ナイロン樹脂、塩化ビニルなどの非反応性樹脂、エポキシ樹脂／アミン系、エポキシ樹脂／酸無水物系、ポリエステル樹脂／メラミン樹脂系、自己硬化アクリル樹脂、ポリエステル樹脂／エポキシ樹脂系、アクリル樹脂／多塩基酸樹脂系などの反応性バインダー等が使用可能である。例えば、本発明においては、なかでもポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、アクリル樹脂等のバインダー樹脂が好適例として挙げられる。

【０００８】

本発明において使用される硬化剤は、従来より公知である硬化剤が特に限定されることなく使用可能である。例えば、トリス（２，３－エポキシプロピル）イソシアネート、トリレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート等のポリイソシアネート化合物、又はそのプレポリマーの保有する分子末端イソシアネート基をラクタム化合物、オキシム化合物等の公知慣用のブロック化剤でブロックしたブロックトイソシアネート系硬化剤；ビスフェノールＡ型ジグリシジルエーテル等のエポキシ系硬化剤；メトキシシロキサンオリゴマー、エトキシシランオリゴマー等のアルコキシシラン系硬化剤；アジピン酸ジヒドラジド、コハク酸ジヒドラジド等のポリアジリジン系硬化剤；１，４－ビス（２－オキサゾリニル

-2)-ベンゼン、1,2,4-トリス(2-オキサゾリニル-2)-ベンゼン等のオキサゾリン系硬化剤等が挙げられる。これらの硬化剤の配合量は、樹脂中に存在する官能基の量にもよるが、当量比で0.8~1.2の範囲がより好ましい。

【0009】

本発明において使用される添加剤は、塗料組成物に用いられるものとして従来より公知の添加剤が特に限定されることなく使用可能である。例えば、アクリレート重合体等のレベリング剤、各種触媒や有機系スズ化合物等の架橋促進剤、ベンゾイン等のピンホール防止剤等が挙げられる。これらの添加剤は、それぞれ樹脂100重量部に対して0.1~5重量部程度使用するのが好ましい。

【0010】

本発明において使用される着色剤は、従来より公知である着色剤が特に限定されることなく使用可能であり、粉体塗料の色調に合わせて適宜選択される。例えば、酸化チタン、カーボンブラック、銅フタロシアニン、アセト酢酸アリアルアミド系モノアゾ黄色顔料、ピグメントレッド等が挙げられる。その使用量は樹脂100重量部に対して10~60重量部程度が好ましい。

【0011】

これらの各種成分を押出機等で熔融混練する。そして冷却後、例えばハンマーミル、ジェット衝撃ミルなどの粉碎装置を用いて物理的粉碎を行い、ついで空気分級機、マイクロン・クラッシュファイアーなどの分級機を用いて分級することにより所望の平均粒子径を有する原料粉体を得ることができる。混合に使用される原料粉体としては、通常、平均粒子径1~50 μ m、好ましくは5~20 μ mの粉体を使用可能であり好適である。粉体の粒径が50 μ mよりも大きいと得られる塗膜の膜厚が厚くなりやすいため好ましくなく、粒径が1 μ mよりも小さいと凝集しやすくなり、均一な混合を得ることが困難となる場合がある。

【0012】

本発明において、原料粉体の帯電量を制御する手段としては、着色剤の荷電、樹脂の酸価、アミン価等を調整する方法、四級アンモニウム塩、染料、金属石鹸などの各種の添加剤を添加する方法、流動性の調整のために添加されるシリカ、

アルミナ、チタニア、ジルコニア等の量で制御する方法などが挙げられる。例えば、酸価の高い樹脂を原料として使用すると負の帯電量が増加する。

【0013】

本発明において各原料粉体の帯電量を測定する手段としては、各粉体を所望の塗装方法により一定面積の基板上に塗着させた後、基板に塗着させた粉体をエアブローにより除去する際に基板より流出する電流と塗着した粉体の量を測定する方法が挙げられる。また、簡便な方法としては、各原料粉体を原料粉体よりも粒径の大きな多種の粉体と混合した際の帯電量をブローオフ法により測定する方法がある。

本発明においては、混合される2種以上の粉体塗料（即ち、原料粉体）の帯電量の差がすべて $5.0 \mu\text{C}/\text{g}$ 以内であればよい。即ち、例えば、原料粉体A、B、Cの3種を混合する場合、AB、BC、AC間の帯電量の差がいずれも $5.0 \mu\text{C}/\text{g}$ 以内であるのが好ましい。帯電量の差が $5.0 \mu\text{C}/\text{g}$ を超えると、各色毎に凝集しやすくなるため、混色により均一な色相の塗膜を得ることが困難となる。

【0014】

本発明の粉体塗料は、2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により均一な色相の塗膜を得る塗装方法に用いられる。例えば、静電スプレーを用いる塗装方法、流動浸漬法、プラスチック溶射法、プロバック法等の塗装方法に使用される。本発明の塗装方法は、帯電量の差が $5.0 \mu\text{C}/\text{g}$ 以内の本発明の粉体塗料を2種以上混色することにより均一な色相の塗膜を得る方法であり、混色に供される各粉体塗料の使用量は、混色により得られる所望の色相により適宜選択される。

【0015】

【実施例】

以下、製造例、実施例および比較例により本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例等によりなんら限定されるものではない。なお、部とは重量部を意味する。

【0016】

原料粉体の製造例1

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-8107,酸価=32.5mgKOH/g）	40 部
ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-8100,酸価=65.8mgKOH/g）	54 部
TGIC（チバガイギー社製、アラルダイトPT810）	6 部
銅フタロシアニン（山陽色素社製、シアニンブルーKRS）	5 部
流展剤（BASF社製、Acronal 4F）	1 部
ベンゾイン	0.5 部

上記組成物を、スーパーミキサーにて良く混合した後、ブスコニーダーを使用して混練し、冷却したのちPJM粉碎機（日本ニューマチック社製）を使用して粉碎し、MS型分級機（日本ニューマチック社製）で分級して平均粒径 $13\mu\text{m}$ の粉体を得た。この粉体100部に、シリカ（R972）（日本アエロジル社製）0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体（1）を得た。なお、平均粒径はコールター・マルチサイザー（（株）日科機製）により測定した。

この粉体を脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装した。得られた塗装板とアースとの間に容量（C） $0.047\mu\text{F}$ のコンデンサーを繋ぎ、エアブローによって塗装した粉体を除去した。塗装板の重量測定から除去された粉体の重量（M）は 0.017g であった。また、粉体の除去によって流出した電荷（ $Q=CV$ ）により生じたコンデンサーの電位差（V）をエレクトロメーターTR8411（（株）アドバンテスト製）を用いて測定したところ、 $+5.35\text{V}$ であった。これより粉体の帯電量（ Q/M ）は $-14.8\mu\text{C/g}$ 、塗着量は 1.2mg/cm^2 であった。

【0017】

原料粉体の製造例2

ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-8107,酸価=32.5mgKOH/g）	15 部
ポリエステル樹脂（日本エステル社製、ER-8100,酸価=65.8mgKOH/g）	79 部
TGIC（チバガイギー社製、アラルダイトPT810）	6 部
カーミン6B（住友化学社製、スミカプリント・カーミン6BC）	8 部
流展剤（BASF社製、Acronal 4F）	1 部
ベンゾイン	0.5 部

上記組成物を、製造例1と同様にして平均粒径 $13\mu\text{m}$ の粉体を得た。この粉体100部に、シリカ(R972)(日本アエロジル社製)0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体(2)を得た。

この粉体について製造例1と同様にして帯電量と塗着量を測定したところ、帯電量は $-12.5\mu\text{C/g}$ 、塗着量は 1.1mg/cm^2 であった。

【0018】

原料粉体の製造例3

ポリエステル樹脂(日本エステル社製、ER-8107,酸価 $=32.5\text{mgKOH/g}$)	40 部
ポリエステル樹脂(日本エステル社製、ER-8100,酸価 $=65.8\text{mgKOH/g}$)	54 部
TGIC(チバガイギー社製、アラルダイトPT810)	6 部
カーミン6B(住友化学社製、スミカプリント・カーミン6BC)	8 部
流展剤(BASF社製、Acronal 4F)	1 部
ベンゾイン	0.5 部

上記組成物を、製造例1と同様にして平均粒径 $13\mu\text{m}$ の粉体を得た。この粉体100部に、シリカ(R972)(日本アエロジル社製)0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体(3)を得た。

この粉体について製造例1と同様にして帯電量と塗着量を測定したところ、帯電量は $-10.0\mu\text{C/g}$ 、塗着量は 1.0mg/cm^2 であった。

【0019】

原料粉体の製造例4

ポリエステル樹脂(日本エステル社製、ER-8107,酸価 $=32.5\text{mgKOH/g}$)	94 部
TGIC(チバガイギー社製、アラルダイトPT810)	6 部
カーミン6B(住友化学社製、スミカプリント・カーミン6BC)	8 部
流展剤(BASF社製、Acronal 4F)	1 部
ベンゾイン	0.5 部

上記組成物を、製造例1と同様にして平均粒径 $13\mu\text{m}$ の粉体を得た。この粉体100部に、シリカ(R972)(日本アエロジル社製)0.3部をヘンシェルミキサーを使用して均一に混合し、原料粉体(4)を得た。

この粉体について製造例1と同様にして帯電量と塗着量を測定したところ、帯

電量は $-8.2 \mu\text{C/g}$ 、塗着量は 0.9mg/cm^2 であった。

【0020】

実施例 1

原料粉体(1) 50部と、原料粉体(2) 50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した。得られた混合物を、脱脂したスチール板に静電スプレーにて塗装し、 180°C で20分間焼き付けて、塗膜を得た。得られた塗膜は、均一な青色であった。この混合粉体の帯電量の差は $2.3 \mu\text{C/g}$ であった。

【0021】

実施例 2

原料粉体(1) 50部と、原料粉体(3) 50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した。得られた混合物を、実施例1と同様にして塗膜を得たところ、得られた塗膜は、やはり均一な青色であった。この混合粉体の帯電量の差は $4.8 \mu\text{C/g}$ であった。

【0022】

比較例 1

原料粉体(1) 50部と、原料粉体(4) 50部をヘンシェルミキサーを使用して混合した。得られた混合物を、実施例1と同様にして塗膜としたが、塗着状態が不均一で均一膜厚の塗膜が得られず、シアン色とマゼンタ色の分離が見られた。この混合粉体の帯電量の差は $6.6 \mu\text{C/g}$ であった。

【0023】

以上のように、混合する2種の粉体の帯電量の差が $5.0 \mu\text{C/g}$ 以下であると良好な均一な色の塗膜が得られるのに対し、帯電量の差が $5.0 \mu\text{C/g}$ より大きいと2種の粉体が凝集することが判明した。

【0024】

【発明の効果】

本発明によれば、各粉体の帯電性が均一であるため、色調の異なる粉体の混色により均一な色相の塗膜を得ることが可能となった。そのため、原色を含む数種の色調の粉体を用意することで、あらゆる色調の粉体を得ることができ、従来のように、数多くの色調の粉体塗料を品揃えする必要がなくなった。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】

2種以上の色相の異なる粉体塗料の混色により均一な色相の塗膜を得る塗装法に使用される粉体塗料であって、混合される2種以上の粉体塗料の帯電量の差がすべて $5.0\mu\text{C/g}$ 以内であることを特徴とする粉体塗料、並びにかかる粉体塗料を用いて混色することを特徴とする均一な色相の塗膜を得る塗装方法。

【効果】

本発明によれば、各粉体の帯電性が均一であるため、色調の異なる粉体の混色により均一な色相の塗膜を得ることが可能となった。そのため、原色を含む数種の色調の粉体を用意することで、あらゆる色調の粉体を得ることができ、従来のように、数多くの色調の粉体塗料を品揃えする必要がなくなった。

【選択図】 なし

【書類名】 職権訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】
【識別番号】 000000918
【住所又は居所】 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
【氏名又は名称】 花王株式会社
【代理人】 申請人
【識別番号】 100095832
【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区谷町2丁目8番1号 大手前M
2ビル5階 細田国際特許事務所
【氏名又は名称】 細田 芳徳

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名 花王株式会社